

Republic of Ecuador

👉 EDICT OF GOVERNMENT 👈

In order to promote public education and public safety, equal justice for all, a better informed citizenry, the rule of law, world trade and world peace, this legal document is hereby made available on a noncommercial basis, as it is the right of all humans to know and speak the laws that govern them.



NTE INEN 0240 (1978) (Spanish):
Fertilizantes. Determinación del calcio y
magnesio. (Método EDTA o versenato)

BLANK PAGE



Norma Técnica Ecuatoriana	FERTILIZANTES DETERMINACIÓN DE CALCIO Y MAGNESIO (Método EDTA o versenato)	INEN 240 1977-02
<p style="text-align: center;">1. OBJETO</p> <p>1.1 Esta norma tiene por objeto establecer el método para determinar el contenido de calcio y magnesio por el método EDTA (etilen diamina tetra-acético o versanato).</p> <p style="text-align: center;">2. RESUMEN</p> <p>2.1 Se basa en la formación de un compuesto estable, cuando reacciona con el catión del ensayo la solución estándar etilendiamina tetra-acetato, en un medio alcalino.</p> <p style="text-align: center;">3. INSTRUMENTAL</p> <p>3.1 <i>Balanza analítica.</i> Sensible a 0,1mg.</p> <p>3.2 <i>Matraz Erlenmeyer,</i> de 300 cm³.</p> <p>3.3 <i>Baño María.</i></p> <p>3.4 <i>Agitador magnético</i></p> <p>3.5 <i>Matraz aforado,</i> de 200 cm³;</p> <p>3.6 <i>Vaso de precipitación,</i> de 250 cm³.</p> <p>3.7 <i>Bureta,</i> graduada con divisiones de 0,1 cm³.</p> <p>3.8 <i>Plancha eléctrica,</i> o su equivalente.</p> <p style="text-align: center;">4. REACTIVOS</p> <p>4.1 <i>Solución de cloruro de amonio.</i> Disolver 67,5 g de cloruro de amonio en 200 cm³ de agua, agregar 570 cm³ de hidróxido de amonio y diluirá 1 000 cm³ con agua.</p> <p>4.2 <i>Solución alcalina de cianuro de potasio.</i> Disolver 280 g de hidróxido de potasio y 66 g de cianuro de potasio en 1 000 cm³ de agua (se debe tener mucho cuidado con esta solución).</p> <p>4.3 <i>Solución al 2% de cianuro de potasio.</i> Disolver 2 g de cianuro de potasio en 100 cm³ de agua (mucho cuidado con esta solución).</p> <p>4.4 <i>Solución indicadora de eriocromo T negro.</i> Disolver 0,2 g del indicador (Eastman Kodak P 6361 o su equivalente) y 2 g de hidróxilamina hidrocloreto, en 50 cm³ de alcohol metílico (Almacenarse la solución hasta por 20 días).</p> <p style="text-align: right;"><i>(Continúa)</i></p>		

4.5 *Indicador calcein.* Moler 1g del indicador, 10 g de carbón vegetal (Norita A) y 100 g de cloruro de potasio, mezclar íntimamente.

4.6 *Solución patrón de 1 mg por cm³ de calcio.* Disolver 2,497 3 g de carbonato de calcio, químicamente puro, previamente secado por dos horas en estufa a 285° C, en 200 cm³ de una solución de ácido clorhídrico (1 +10) y diluir al 1 000 cm³ con agua bidestilada.

4.7 *Solución patrón de 0,25 mg y 1 mg por cm³ de magnesio.* Disolver 0,2 y 1 g de virutas de magnesio en 200 cm³ de una solución de ácido clorhídrico (1 + 10) y diluir cada una de ellas a 1 000 cm³ con agua bidestilada.

4.8 *Solución 0,05 N de etilendiaminatetra acetato, (EDTA o versanato), debidamente estandarizado.* Disolver 9,307 5 g de la sal sódica EDTA en 1 000 cm³ de agua destilada (ver numerales **6.2** y **6.3**).

5. PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

5.1 Si la muestra es líquida, se la homogeniza invirtiendo varias veces el recipiente que la contiene.

5.2 Si la muestra es pulverulenta, se la homogeniza, como se anota en **5.1**.

5.3 Si la muestra es cristalina, en grano o mineral, moler el material rápidamente y hacer pasar el producto a través de un tamiz de abertura de 250 µm (ver INEN 154), y homogeneizar.

5.4 La cantidad de muestra de fertilizante extraída de un lote determinado deberá ser representativa y no deberá exponerse al aire ni a la humedad por mucho tiempo.

5.5 El material que se use para el ensayo debe estar completamente limpio, seco y exento de contaminación.

6. PROCEDIMIENTO

6.1 Las determinaciones deben realizarse por duplicado sobre las mismas muestras preparadas.

6.2 Para estandarizar la solución 0,05 EDTA, para calcio, proceder de la manera siguiente:

6.2.1 Transferir, a un matraz Erlenmeyer de 300 cm³, 10 cm³ de la solución **4.6** y añadir 100 cm³ de agua destilada, 10 cm³ de la solución alcalina de cianuro de potasio y 35 mg del indicador calcein. Usando un agitador magnético y a la luz natural, titular con la solución 0,05 N EDTA, hasta desaparición del color verde.

6.2.2 El título de la solución EDTA para calcio es igual a 10/cm³ de la solución EDTA gastados.

6.3 Para estandarizar la solución 0,05 EDTA para magnesio, proceder de la manera siguiente:

6.3.1 Transferir separadamente al matraz Erlenmeyer de 300 cm³, 10 cm³ de la solución 0,25 mg y 1 mg por cm³ y añadir 100 cm³ de agua, 5 cm³ de la solución de cloruro de amonio, 2 cm³ de la solución al 2% de cianuro de potasio y 10 gotas del indicador negro eriocromo T. Usando un agitador magnético y a la luz artificial clara, titular con la solución 0,05 N EDTA, hasta cambio de color permanente de rojo vino a azul claro o celeste.

(Continúa)

6.3.2 El título de la solución EDTA para magnesio es igual a $2,5/\text{cm}^3$ ó $10/\text{cm}^3$, de solución EDTA gastados, respectivamente.

6.4 Pesar, con aproximación a 0,1 mg, aproximadamente 0,5 g de muestra preparada y transferirá un vaso de precipitación de 250 cm^3 .

6.5 Añadir 20cm^3 de ácido clorhídrico (1 + 1) y evaporar a sequedad sobre una plancha eléctrica.

6.6 Disolver el residuo con 5 cm^3 de ácido clorhídrico diluido (1 +10) y 100 cm^3 de agua.

6.7 Colocar el vaso y su contenido sobre la plancha eléctrica a baja temperatura y mantenerlos allí durante una hora.

6.8 Sacar el vaso y su contenido de la plancha eléctrica, dejar enfriar, transferir a un matraz volumétrico de 200 cm^3 y diluir a volumen con agua destilada.

6.9 Mezclar, dejar en reposo ó, si es necesario, filtrar a través de un papel filtro Whatman No. 14, ó su equivalente.

6.10 Transferir, por medio de una pipeta, 10 cm^3 de la solución **6.9** a un matraz Erlenmeyer de 300 cm^3 , añadir 100 cm^3 de agua destilada, 10 cm^3 de la solución **4.2** y 35 mg del indicador calcein. Usando un agitador magnético y a la luz natural, titular el calcio con la solución 0,05 N EDTA, hasta desaparición del color verde.

6.11 Transferir, por medio de una pipeta, 10 cm^3 de la solución **6.9** a un matraz Erlenmeyer de 300 cm^3 , añadir 100 cm^3 de agua destilada, 5 cm^3 de la solución **4.1**, 2 cm^3 de la solución **4.3** y 10 gotas del indicador negro eriocromo T. Usando un agitador magnético y a la luz artificial clara, titular el calcio y magnesio con la solución 0,05 N EDTA, hasta cambio de color permanente de rojo vino o azul claro.

7. CÁLCULOS

7.1 El contenido de calcio en el fertilizante se calcula mediante la ecuación siguiente:

$$Ca = \frac{N \times V_E \times 2}{m}$$

Siendo:

Ca = contenido de calcio, en el fertilizante, en porcentaje de masa.
 N = título o normalidad de la solución EDTA, para calcio
 V_E = volumen de la solución EDTA empleado en la titulación.
 m = masa de la muestra del fertilizante, en g.

(Continúa)

7.2 El contenido de magnesio en el fertilizante se calcula mediante la ecuación siguiente:

$$Mg = \frac{N \times V_E - V_1 \times 2}{m}$$

Siendo:

- Mg = contenido de magnesio, en el fertilizante, en porcentaje de masa.
N = normalidad o título de la solución EDTA, para magnesio.
V_E = volumen total de la solución EDTA empleado en la titulación para calcio y magnesio.
V₁ = volumen de la solución EDTA empleado en la titulación del calcio.
m = masa de la muestra del fertilizante, en g.

8. ERRORES DE MÉTODO

8.1 La diferencia entre los resultados de una determinación efectuada por duplicado no debe exceder del 0,01%; en caso contrario, debe repetirse la determinación.

9. INFORME DE RESULTADOS

9.1 Como resultado final, debe reportarse la media aritmética de los dos resultados de la determinación, aproximada en centésimas.

9.2 En el informe de resultados, deben indicarse el método usado y el resultado obtenido. Debe mencionarse, además, cualquier condición no especificada en esta norma, o considerada como opcional, así como cualquier circunstancia que pueda haber influido sobre el resultado.

9.3 Deben incluirse todos los detalles necesarios para la completa identificación de la muestra.

(Continúa)

APENDICE Z

Z.1 NORMAS A CONSULTAR

INEN 154 *Tamices de ensayo. Tamaños nominales de las aberturas.*

Z.2 NORMAS PUBLICADAS SOBRE EL TEMA

INEN 209 *Fertilizantes. Terminología.*
 INEN 330 *Fertilizantes. Clasificación.*
 INEN 211 *Fertilizantes. Tolerancias para garantía mínima.*
 INEN 212 *Fertilizantes. Urea. Requisitos.*
 INEN 213 *Fertilizantes. Fosfato diamónico. Requisitos.*
 INEN 214 *Fertilizantes. Cloruro de potasio. Requisitos.*
 INEN 215 *Fertilizantes. Roca fosfórica. Requisitos.*
 INEN 216 *Fertilizantes. Sulfato de magnesio. Requisitos.*
 INEN 217 *Fertilizantes. Superfosfato triple. Requisitos.*
 INEN 218 *Fertilizantes. Sulfato de potasio. Requisitos.*
 INEN 219 *Fertilizantes. Sulfato de amonio. Requisitos.*
 INEN 220 *Fertilizantes. Muestreo.*
 INEN 221 *Fertilizantes. Envasado y rotulado.*
 INEN 222 *Fertilizantes. Determinación del contenido de humedad.*
 INEN 223 *Fertilizantes. Determinación del Biuret*
 INEN 224 *Fertilizantes. Determinación del nitrógeno total.*
 INEN 225 *Fertilizantes. Determinación del nitrógeno amoniacal.*
 INEN 226 *Fertilizantes. Determinación del nitrógeno amoniacal y de nitratos.*
 INEN 227 *Fertilizantes. Determinación del fósforo total. (Método espectrofotométrico).*
 INEN 228 *Fertilizantes. Determinación del fósforo total. Método volumétrico).*
 INEN 229 *Fertilizantes. Determinación del fósforo total. (Método gravimétrico).*
 INEN 230 *Fertilizantes. Determinación del fósforo asimilable. (Método espectrofotométrico).*
 INEN 231 *Fertilizantes. Determinación del fósforo asimilable. (Método gravimétrico).*
 INEN 232 *Fertilizantes. Determinación del fósforo soluble en agua. (Método volumétrico).*
 INEN 233 *Fertilizantes. Determinación del fósforo insoluble en citratos.*
 INEN 234 *Fertilizantes. Determinación del potasio. (Método de la llama fotométrica).*
 INEN 235 *Fertilizantes. Determinación del potasio. (Método del tetrafenil boro).*
 INEN 236 *Fertilizantes. Determinación de la acidez libre.*
 INEN 237 *Fertilizantes. Determinación del azufre.*
 INEN 238 *Fertilizantes. Determinación del calcio.*
 INEN 239 *Fertilizantes. Determinación del magnesio soluble en ácido (Método gravimétrico)*
 INEN 241 *Fertilizantes. Determinación de cloruros.*

Z.3 BASES DE ESTUDIO

S. SHAPIRO - YAGURVICH. *Analytical Chemistry. Complexometric titrations.* pp 363. Mir publishers. Moscú, 1972.

Método AOAC de análisis 2 *Fertilizers. EDTA Titration Methods. Calcium and Magnesium. Official final action.* Association of Official Analytical Chemists. Washington, 1970.

Gastón Charlot *Les Méthodes de la Chimie Analytique. Titration de calcium par l'acide éthylène diamine tétracétique.* pp 654. Massant et Cie Editeurs. 120 Boulevard Saint-Germain, Paris, VI^e 1961.

Norma Argentina IRAM 22 409. *Fertilizantes. Método de determinación del calcio y magnesio.* Instituto Argentino de Racionalización de Materiales. Buenos Aires, 1964.

Allison L.E. y otros. *Saline and Alkali Soils. Calcium and magnesium by titration with Ethlenediaminetetra acetate (versenate).* pp. 94. United States Department of Agriculture. Washington 25, DC, 1954.

Allison L.E. y otros. *Saline and Alkali Soils. Calcium and magnesium by titration with Ethlenediaminetetra acetate (versenate).* pp. 94. United States Department of Agriculture. Washington 25, DC, 1954.

INFORMACIÓN COMPLEMENTARIA

Documento: NTE INEN 240	TÍTULO: FERTILIZANTES. DETERMINACIÓN DE CALCIO Y MAGNESIO (Método EDTA o versenato).	Código: AG 03.02-319
-----------------------------------	---	--------------------------------

ORIGINAL: Fecha de iniciación del estudio:	REVISIÓN: Fecha de aprobación anterior por Consejo Directivo Oficialización con el Carácter de por Acuerdo No. de publicado en el Registro Oficial No. de Fecha de iniciación del estudio:
--	--

Fechas de consulta pública: de a
La Norma en referencia ha sido homologada de la Norma Argetina IRAM 22 409

Subcomité Técnico: AG 03-02 *Fertilizantes*

Fecha de iniciación:

Fecha de aprobación: 1975-09-18

Integrantes del Subcomité Técnico:

NOMBRES:

INSTITUCIÓN REPRESENTADA:

Ing. Washington Bejarano

FACULTAD DE AGRONOMIA DE LA
UNIVERSIDAD CENTRAL DEL ECUADOR
INIAP

Ing. Jorge Cáceres

DPTO. DE FERTILIZANTES DEL MICEI

Ing. Oswaldo Yépez

FABRICA DE ABONOS DEL ESTADO

Ing. Wilson Izurieta

FACULTAD DE AGRONOMIA DE LA

Dr. Eduardo Sampértegui

UNIVERSIDAD NACIONAL DE LOJA

Ing. Jaime Figueroa

PROYECTO ECU 533

Dr. Daniel Uriguen

INSTITUTO LEOPOLDO IZQUIETA PEREZ

Ing. Adelberto Sen Sang López

INSTITUTO LEOPOLDO IZQUIETA PEREZ

Ing. Shayler Nieto

FERTISA

Dra. Leonor Orozco

INEN

Otros trámites: ♦4 Esta norma sin ningún cambio en su contenido fue DESREGULARIZADA, pasando de OBLIGATORIA a VOLUNTARIA, según Resolución de Consejo Directivo de 1998-01-08 y oficializada mediante Acuerdo Ministerial No. 235 de 1998-05-04 publicado en el Registro Oficial No. 321 del 1998-05-20
El Consejo Directivo del INEN aprobó este proyecto de norma en sesión de 1977-02-10

Oficializada como: Obligatorio
Registro Oficial No. 577 del 1978-05-02

Por Acuerdo Ministerial No. 337 del 1978-04-13

Instituto Ecuatoriano de Normalización, INEN - Baquerizo Moreno E8-29 y Av. 6 de Diciembre
Casilla 17-01-3999 - Telfs: (593 2) 2 501885 al 2 501891 - Fax: (593 2) 2 567815
Dirección General: E-Mail: baguilera@inen.gov.ec
Área Técnica de Normalización: E-Mail: normalizacion@inen.gov.ec
Área Técnica de Certificación: E-Mail: certificacion@inen.gov.ec
Área Técnica de Verificación: E-Mail: verificacion@inen.gov.ec
Área Técnica de Servicios Tecnológicos: E-Mail: inencati@inen.gov.ec
Regional Guayas: E-Mail: inenguayas@inen.gov.ec
Regional Azuay: E-Mail: inencuenca@inen.gov.ec
Regional Chimborazo: E-Mail: inenriobamba@inen.gov.ec
[URL:www.inen.gov.ec](http://www.inen.gov.ec)